

STAINLESS STEEL POWDER, STAINLESS STEEL MEMBER AND PRODUCTION OF THE STAINLESS STEEL MEMBER

Patent Number: JP10195502
Publication date: 1998-07-28
Inventor(s): AMEYAMA MEGUMI
Applicant(s):: RITSUMEIKAN
Requested Patent: ☐ JP10195502
Application Number: JP19970002357 19970109
Priority Number(s):
IPC Classification: B22F1/00 ; C22C38/00
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain stainless steel powder subjected to cold working to form into the raw material for a high strength and high toughness stainless steel member by subjecting the raw material powder of a stainless steel to mechanical milling for a specified time at an ordinary temp.

SOLUTION: The raw material powder is suitably composed of 316L series austenitic stainless steel powder and contains 16 to 18% Cr, 12 to 15% Ni and 2 to 3% Mo. This powder is, e.g. charged to a device for milling such as an 'Attoritor(R)', a ball mill or the like and is subjected to cold working at an ordinary temp. for about several min. to several hundreds time. In this way, strains are given to the crystals of the raw material powder by intensive working, and after that, recrystallization occurs, but the average grain size of the crystals is extremely small of several tens to several hundreds nm. The stainless steel powder subjected to the cold working is subjected to heat treatment at 600 at 800 deg.C and is furthermore sintered at a temp. more than the heat treating temp. and also less than 1400 deg.C, by which a member having an ultrafine structure in which austenitic phases and sigma phases are uniformly mixed can be obt'd.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

TOP

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-195502

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月28日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 2 2 F 1/00

B 2 2 F 1/00

C

F

C 2 2 C 38/00

3 0 2

C 2 2 C 38/00

3 0 2 Z

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-2357

(22) 出願日

平成9年(1997) 1月9日

(71) 出願人 593006630

学校法人立命館

京都府京都市北区等持院北町56番地の1

(72) 発明者 鈴山 恵

滋賀県草津市野路東1丁目1番1号 立命

館大学 びわこ・くさつキャンパス 理工

学部内

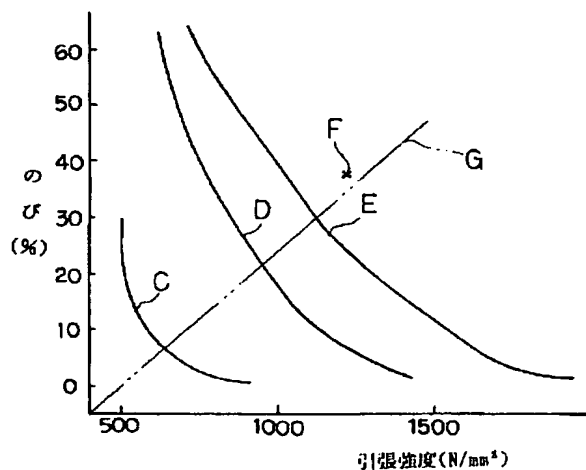
(74) 代理人 弁理士 渡辺 三彦

(54) 【発明の名称】 ステンレス鋼粉末、ステンレス鋼部材及び該ステンレス鋼部材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 粉末加工法により高強度、高靱性のステンレス鋼部材を製造するための原料となる冷間加工済ステンレス鋼粉末、係る粉末を用いて製造したステンレス鋼部材並びに、該ステンレス鋼部材の製造方法を提供すること。

【解決手段】 ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施してなる冷間加工済ステンレス鋼粉末及び係る粉末を焼結して製造され、オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合した微細組織を有し、平均結晶粒径が1 μ m以下のステンレス鋼からなるステンレス鋼部材。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施してなる冷間加工済ステンレス鋼粉末。

【請求項2】 上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr16乃至18%、Ni12乃至15%、Mo2乃至3%を含むことを特徴とする請求項1記載の冷間加工済ステンレス鋼粉末。

【請求項3】 オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合した微細組織を有し、平均結晶粒径が1 μ m以下のステンレス鋼からなるステンレス鋼部材。

【請求項4】 上記ステンレス鋼部材は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結してなることを特徴とする請求項3記載のステンレス鋼部材。

【請求項5】 上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr16乃至18%、Ni12乃至15%、Mo2乃至3%を含むことを特徴とする請求項4記載のステンレス鋼部材。

【請求項6】 ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結することを特徴とするステンレス鋼部材の製造方法。

【請求項7】 上記メカニカルミリングの封入ガスとして、N₂ガスまたはH₂ガスを使用したことを特徴とする請求項6記載のステンレス鋼部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】本発明は、メカニカルミリングによる冷間加工済のステンレス鋼粉末、この冷間加工済ステンレス鋼粉末を用いて製造したステンレス鋼部材及び、該ステンレス鋼部材の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】金属材料、例えば、ステンレス鋼の高強度化、高靱性化には、材料自体の結晶粒の大きさを微細にすることが効果的であることが知られている。そのような結晶粒の微細化を図るための加工方法として、従来、オーステナイト系のステンレス鋼に対して、冷間圧延を施した後、適当な熱処理を加えたり、または、上記ステンレス鋼に線引き加工を施すことが行われている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところで、図6に示すように、上記方法で加工した従来のオーステナイト系のステンレス鋼は、結晶の平均粒径が数 μ m乃至数10 μ mと、未だ結晶粒が十分に微細化されておらず、且つオーステナイト相Aの間に、主としてFe及びCrからな

るシグマ相Bが不均一に分散されているが、このシグマ相Bは固くて脆いため、目的とする高強度化、高靱性化が充分に実現されない問題があった。しかも、加工法が冷間圧延や線引きに限られるため、製品の形状が薄板や細線等に限定される不具合があった。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は前記の課題を解決して、粉末加工法により高強度、高靱性のステンレス鋼部材を製造するための原料となる冷間加工済ステンレス鋼粉末、係る粉末を用いて製造したステンレス鋼部材並びに、該ステンレス鋼部材の製造方法を提供することを目的としている。そのため、請求項1の冷間加工済ステンレス鋼粉末は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施してなるものである。

【0005】上記原料粉末内の結晶の平均粒径は、例えば、数 μ m乃至数10 μ mと、かなり大きい、上記メカニカルミリングによる冷間加工により原料粉末に次第にひずみが与えられ、元の結晶が破壊されてゆく。その後、時間の経過とともに、粉末内部で再結晶が始まるが、再結晶後の結晶の平均粒径は数10nm乃至数100nmと、極めて微細なものとなる。係る冷間加工済ステンレス鋼粉末は、射出成形や押出成形等の原料とすることができる。

【0006】請求項2の冷間加工済ステンレス鋼粉末は、請求項1の構成において、上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr16乃至18%、Ni12乃至15%、Mo2乃至3%を含むことを特徴とするものである。上記の成分構成は、JIS（日本工業規格）のSUS316またはSUS316Lの規格に対応するものである。

【0007】請求項3のステンレス鋼部材は、オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合した微細組織を有し、平均結晶粒径が1 μ m以下のステンレス鋼からなるものである。

【0008】請求項4のステンレス鋼部材は、請求項3の構成において、上記ステンレス鋼部材は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結してなることを特徴とするものである。

【0009】上記のように、原料粉末にメカニカルミリングによる冷間加工を施すことにより、粉末内部の結晶の平均粒径を数10乃至数100nm程度の極めて微細なものとし、その後、シグマ相生成温度域である600乃至800℃で熱処理を行った後、焼結することにより、請求項3のような、オーステナイト相にシグマ相が混合した微細組織とすることができる。ここでは、粉末加工法でステンレス鋼部材を製造するので、該ステンレス鋼部材は、板材又は細線の他にバルク形状のものも任意に作成できる。

【0010】請求項5のステンレス鋼部材は、請求項4の構成において、上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr 16乃至18%、Ni 12乃至15%、Mo 2乃至3%を含むことを特徴とするものである。

【0011】請求項6のステンレス鋼部材の製造方法は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃（シグマ相生成温度域）で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結することを特徴とするものである。

【0012】請求項7のステンレス鋼部材の製造方法は、請求項6の方法において、上記メカニカルミリングの封入ガスとして、N₂ ガスまたはH₂ ガスを使用したことを特徴とするものである。封入されたN₂ ガスまたはH₂ ガスは、粉末を固く、脆くして、微粉化を促進する役割を果たす。なお、冷間加工後の熱処理時に、通常、N₂ ガスまたはH₂ ガスは、ステンレス鋼から分離される。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基いて説明する。本発明法の粉末加工法により、ステンレス鋼部材を製造する場合、原料粉末としては、各種の成分組成を有するステンレス鋼粉末を用いることが可能であるが、好適には、JISのSUS316L（Cr 16乃至18%、Ni 12乃至15%、Mo 2乃至3%）に規定されたオーステナイト系のステンレス鋼粉末を用いる。

【0014】そして、上記ステンレス鋼粉末を、例えば、図1に示すようなアトライタ1やボールミル等のミリング用装置に挿入し、常温で数分間乃至数100時間程度、冷間加工を施す。上記アトライタ1は、例えば、外周部に冷却水の循環通路2が形成された水冷容器3内に、多数の鋼球4を収容し、水平方向に延びる攪拌棒5が交差状に取り付けられた垂直方向の軸6を上記水冷容器3の中央に回転自在に配置してなる装置である。上記水冷容器3内に、ステンレス鋼粉末と、Arガス、N₂ ガスまたはH₂ ガスを封入して、軸6を回転させることにより、上記ステンレス鋼粉末に、メカニカルミリングを施すようになっている。

【0015】上記ステンレス鋼粉末は、原料粉末の段階では、平均粒子径が数10μm乃至数100μm程度の大きさであり、また、粉末内の結晶の平均粒径は数10μm程度であるが、アトライタ1で冷間加工を施されることにより、原料粉末の結晶に強加工によってひずみを与えられた後、再結晶する。所定時間冷間加工が施されて、再結晶したステンレス鋼粉末内の結晶の平均粒径は、数10乃至数100nmと極めて小さなものとなる。

【0016】係る冷間加工済のステンレス鋼粉末は、そのまま、射出成形や押出成形の原料粉末として、販売す

ることが可能である。また、上記冷間加工済のステンレス鋼粉末を焼結して、所望のステンレス鋼部材を作成する場合、上記粉末を金型等の所定の容器に収容し、シグマ相生成温度域である600乃至800℃程度の範囲、好適には700℃程度で所定時間（例えば、2時間程度）、所定の高圧（例えば、2000気圧程度）の下で熱処理を施し、引き続き、上記熱処理温度以上で且つ1400℃以下程度の温度、例えば、800℃程度で所定時間（例えば、1時間程度）、所定の高圧（例えば、2000気圧程度）の下で維持して焼結させる。

【0017】このようにして得られたステンレス鋼部材は、オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合した超微細な組織を有し、平均結晶粒径は0.5μm以下となる。すなわち、ステンレス鋼粉末に予めメカニカルミリングを施しているため、この冷間加工済ステンレス鋼粉末の再結晶による軟化と、超微細結晶粒による超塑性流動とにより、焼結が促進されるが、低温では、粒成長が遅いため、超微細な結晶粒組織が得られる。

【0018】上記オーステナイト相は韌性に富み、一方、シグマ相は、固くて脆いものの、高強度、高耐食性を有するので、上記ステンレス鋼部材は、高韌性、高強度、高耐食性が付与されたものとなる。上記シグマ相は、超微細オーステナイト結晶粒界の、特に、三重点に析出し、結晶粒の粗大化を抑制する。

【0019】従来、シグマ相は固くて脆いため、ステンレス鋼の組織内にシグマ相が含まれることは有害であると考えられていたが、本発明では、結晶粒径を微細化し、且つオーステナイト相とシグマ相とを均一に混合することにより、シグマ相の持つ欠点よりも高強度、高耐食性という、シグマ相の長所を生かすことに成功したものである。

【0020】上記方法で製造されるステンレス鋼部材は、例えば、時計等の計測器具の装飾材料、各種工具、原子力材料等である。このように、本発明では、粉末加工法を用いたため、従来の板材や細線ばかりでなく、種々の形状のステンレス鋼製品を作成することが可能となる。また、上記ステンレス鋼部材は最終製品であってもよいが、上記ステンレス鋼部材を、板材等の中間製品として、これに、更に曲げ等の加工を行い、例えば、缶等の最終製品を得るようにしてもよい。その場合、本発明法により作成したステンレス鋼の板材は、微細な組織を有するので、超塑性加工により、容易に変形させることができる。

【0021】

【実施例】次に、具体的な実施例を説明する。原料粉末として、JISのSUS316Lのステンレス鋼粉末（Cr 17.6%、Ni 12.3%、Mo 2.3%、C 0.01%、Si 0.49%、Mn 0.84%、P 0.01%、残部Fe）を、PREP（プラズマ回転電極法）により作製した。粉末の平均粒子径は、約200μ

mであった。この原料粉末に、SUS316Lのステンレス鋼製の空冷翼付きの容器と、SUS304のステンレス鋼製のボールとを有する遊星型ボールミルを用いて、Ar雰囲気中で、最長400時間までメカニカルミリングを施した。なお、ミリング処理中の上記容器の外壁温度は室温より約10℃高い程度である。

【0022】図2にミリング時間と粉末の硬さ（ヴィッカース硬さHv）との関係を示す。また、同図に、焼鈍材の加工前（C. W. 0%）の硬さと、該焼鈍材を98%冷間圧延したもの（C. W. 98%）の硬さも示した。図2から明らかなように、粉末のミリング開始後、約10時間で98%冷間圧延材とほぼ同等の硬さとなり、その後、約200時間まで、ミリングとともに硬さは増加するが、200時間以降では、粉末は次第に軟化した。

【0023】ミリング前期においては、強加工によりひずみが増加するが、ミリング後期には、上記のひずみが回復し、ミリング前よりも微細な結晶として再結晶が進行するに伴って、軟化するものと思われる。なお、図3は、400時間メカニカルミリングを施した粉末の組織を表すものであり、この図は、顕微鏡写真に基づいて作成した。

【0024】また、200時間、メカニカルミリングを施した粉末を800℃で3時間、490MPaでHIP処理して焼結体とし、組織観察、引張試験を行った。図4はHIP処理後の組織を示すものであり、同図も顕微鏡写真に基づいて作成した。図4に示すように、オーステナイト相中に、ハッチングで示すシグマ相が均一に分散している。

【0025】図4に示す本実施例の焼結体の降伏強度は78.7kg/mm²、引張強度は123.3kg/mm²、のびは37.4%であった。これに対し、上記実施例と同一の成分組成を有するSUS316Lのステンレス鋼の焼鈍材である比較材の降伏強度は23.4kg/mm²、引張強度は93.5kg/mm²、のびは84.6%であった。

【0026】上記の結果から明らかなように、本実施例の焼結体は、比較材に比べて、降伏強度、引張強度ともに大幅に向上している。一方、のびは比較材より劣っているが、通常、このようなステンレス鋼材において、のびは20%程度あれば充分であるから、本実施例の37.4%の値であれば、差し支えない。

【0027】図5に各種ステンレス鋼材の引張強度とのびとの関係を示す。曲線Cはフェライト系のSUS430、曲線Dはオーステナイト系のSUS304、曲線Eはオーステナイト系のSUS301であり、点Fは本実施例のSUS316Lである。また、仮想線で示す直線Gは、引張強度とのびとの関係の理想曲線であり、本実施例のものは、この理想曲線Gの近傍に位置している。

【0028】

【発明の効果】以上のように、本発明の冷間加工済ステンレス鋼粉末は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施すことにより、上記粉末に高ひずみを付与して結晶粒を微細化したものであるから、係る冷間加工済ステンレス鋼粉末を射出成形や押出成形等の原料として使用することにより、高強度、高靱性、高耐食性を有するステンレス鋼部材を製造することが可能になる。

【0029】請求項2の冷間加工済ステンレス鋼粉末は、請求項1の構成において、上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr16乃至18%、Ni12乃至15%、Mo2乃至3%を含むものであり、このような成分構成のステンレス鋼は、上記した高強度、高靱性、高耐食性等の良好な特性を得る上でとりわけ好ましい。

【0030】請求項3のステンレス鋼部材は、オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合した微細組織を有し、平均結晶粒径が1μm以下、好ましくは、0.5μm以下の超微細な組織を有するステンレス鋼からなるものであるから、上記ステンレス鋼部材は高強度、高靱性、高耐食性を有するものとなる。

【0031】請求項4のステンレス鋼部材は、請求項3の構成において、上記ステンレス鋼部材は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃（シグマ相生成温度域）で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結するようにしたものであり、上記のように、予めメカニカルミリングにより冷間加工を施した粉末をシグマ相生成温度域で熱処理することにより、焼結後のステンレス鋼部材は、オーステナイト相とシグマ相とが均一に混合された超微細な組織を有し、高強度、高靱性、高耐食性が付与されたものとなる。

【0032】係るステンレス鋼部材は、それ自体が最終製品であってもよいが、例えば、上記ステンレス鋼部材の板材を用いて、これに曲げ加工等を施すことにより、最終製品を得るようにしてもよい。その場合も、上記ステンレス鋼部材からなる板材は、超塑性加工により、容易に成形が可能である。

【0033】請求項5のステンレス鋼部材は、請求項4の構成において、上記ステンレス鋼の原料粉末は、Cr16乃至18%、Ni12乃至15%、Mo2乃至3%を含むものであり、係る成分構成は、上記ステンレス鋼部材に高強度、高靱性、高耐食性を付与する上でとりわけ好ましい。

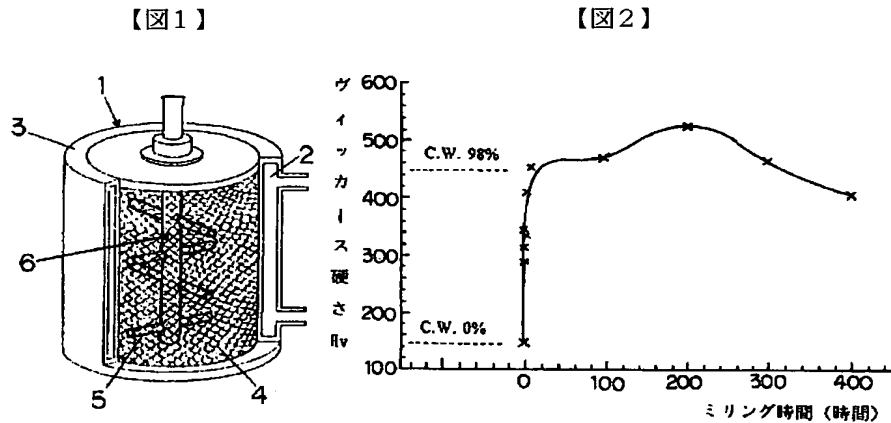
【0034】請求項6のステンレス鋼部材の製造方法は、ステンレス鋼の原料粉末に数分間乃至数100時間、常温でメカニカルミリングを施した後、600乃至800℃（シグマ相生成温度域）で熱処理を施し、更にこの熱処理温度以上且つ1400℃以下の温度で焼結するようにしたので、焼結後のステンレス鋼部材は、オー

ステナイト相とシグマ相とが均一に混合した超微細な組織を有し、係るステンレス鋼部材は、高強度、高靱性、高耐食性等の良好な特性を呈するものとなる。

【0035】請求項7のステンレス鋼部材の製造方法は、請求項6の方法において、上記メカニカルミリングの封入ガスとして、 N_2 ガスまたは H_2 ガスを使用したので、これらのガスにより酸化防止を図りつつ、粉末の微粉化を促進することができるとともに、 N_2 ガスや H_2 ガスは従来使用していたArガス等よりも安価であるというコスト上の利点がある。なお、メカニカルミリング中に N_2 や H_2 がステンレス鋼の成分に固溶するが、通常、その後の熱処理時に N_2 や H_2 がステンレス鋼から分離する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法で使用するアトライタを示す斜視



図。

【図2】本発明の実施例におけるミリング時間と粉末の硬さとの関係を示すグラフ。

【図3】上記実施例によりメカニカルミリングを施した粉末の組織を表す説明図。

【図4】上記メカニカルミリングを施した粉末にHIP処理して焼結体としたステンレス鋼の組織を示す説明図。

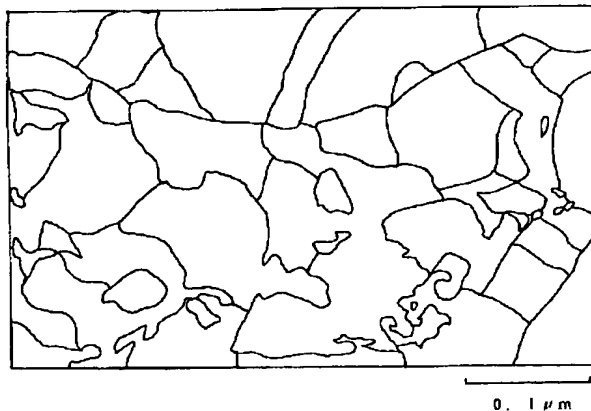
【図5】各種ステンレス鋼材の引張強度とのびとの関係を示すグラフ。

【図6】従来のオーステナイト系のステンレス鋼の組織を示す説明図。

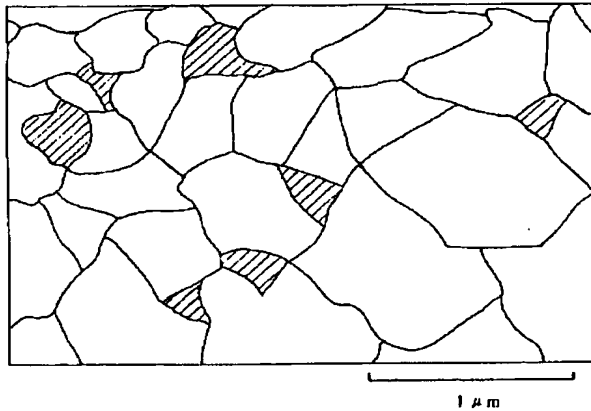
【符号の説明】

1 アトライタ (ミリング用装置)

【図3】



【図4】



【図5】

